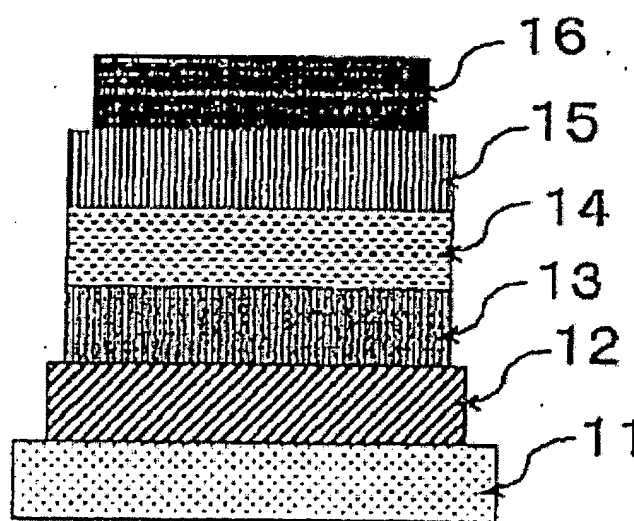


Manufacture of organic electroluminescent flat light source for display unit keeps temperature of side of substrate on which device is constructed inside specific range

Patent number: DE10034037
Publication date: 2001-03-15
Inventor: SAKAGUCHI YOSHIKAZU (JP); SUZUKI JOJI (JP); MORI KENJI (JP)
Applicant: NIPPON ELECTRIC CO (JP)
Classification:
- **International:** H01L51/40
- **European:** H01L51/40B4; H01L51/52H
Application number: DE20001034037 20000713
Priority number(s): JP19990200382 19990714

Abstract of DE10034037

First electrode is formed on substrate, one or more thin layers of organic compound are formed on first electrode including luminescent layer by vacuum deposition. Second electrode is formed by vacuum deposit on organic layer. Substrate is kept at temperature of 70 degrees C or lower and rate of temperature change of substrate is kept at absolute value of 1.5 degrees C/s or lower, until substrate temperature reaches room temperature.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

THIS PAGE BLANK (USPTO)



⑮ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 100 34 037 A 1**

⑤ Int. Cl.⁷:
H 01 L 51/40

⑳ Aktenzeichen: 100 34 037.7
㉑ Anmeldetag: 13. 7. 2000
㉒ Offenlegungstag: 15. 3. 2001

DE 100 34 037 A 1

③① Unionspriorität:
99-200382 14. 07. 1999 JP

⑦① Anmelder:
NEC Corp., Tokio/Tokyo, JP

⑦④ Vertreter:
Glawe, Delfs, Moll & Partner, Patentanwälte, 80538
München

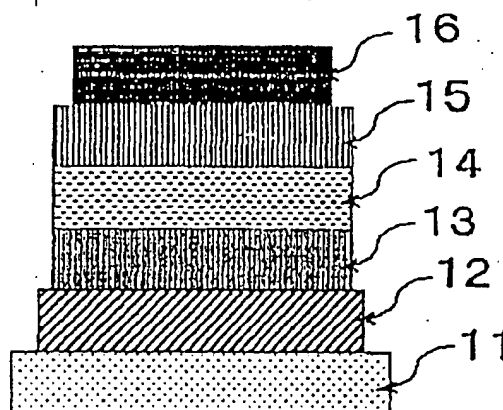
⑦② Erfinder:
Mori, Kenji, Tokio/Tokyo, JP; Sakaguchi, Yoshikazu,
Tokio/Tokyo, JP; Suzuki, Joji, Tokio/Tokyo, JP

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Organische elektrolumineszierende Vorrichtung und Verfahren zu ihrer Herstellung

⑤⑦ Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung einer organischen elektrolumineszierenden Vorrichtung zur Verfügung zu stellen, die einen niedrigen Verluststrom aufweist, sowie eine elektrolumineszierende Platte, bei der die Vorrichtung verwendet wird.
Die vorliegende Erfindung stellt ein Verfahren zur Herstellung einer organischen elektrolumineszierenden Vorrichtung zur Verfügung, zumindest umfassend:
(A) einen Schritt, in dem eine erste Elektrode auf einem Substrat ausgebildet wird,
(B) einen Schritt, in dem auf der ersten Elektrode eine oder mehrere dünne Schichten aus einer organischen Verbindung ausgebildet werden, welche eine lumineszierende Schicht umfassen, und
(C) einen Schritt, in dem auf der oder den organischen Schicht(en) eine zweite Elektrode ausgebildet wird, wobei in dem Verfahren die Temperatur des Substrats bei einer Temperatur von 70 °C oder darunter gehalten wird und die Änderungsrate der Temperatur des Substrats als absoluter Wert bei 1,5 °C/s oder darunter gehalten wird während der Schritte (B) und (C), zwischen den Schritten (B) und (C) und nach Beendigung des Schrittes (C) bis zu dem Zeitpunkt, zu dem die Temperatur des Substrats Raumtemperatur entspricht. Mit dem Verfahren kann eine organische elektrolumineszierende Vorrichtung hergestellt werden, die eine hervorragende Gleichrichtung aufweist.



DE 100 34 037 A 1

Die Erfindung betrifft eine organische elektrolumineszierende Vorrichtung (im Weiteren als "organische EL-Vorrichtung bezeichnet), die in einer flachen Lichtquelle oder in einer Anzeigevorrichtung verwendet wird, ein Verfahren zu ihrer Herstellung, eine organische elektrolumineszierende Platte (im Weiteren als "organische EL-Platte" bezeichnet), sowie eine Vakuumabscheidungsanordnung, die zur Herstellung der organischen EL-Vorrichtung verwendet wird.

Eine vielversprechende Anwendung einer elektrolumineszierenden Vorrichtung (im Weiteren als "EL-Vorrichtung" bezeichnet) ist eine flache Anzeigevorrichtung. Bei derartigen EL-Vorrichtungen benötigen organische EL-Vorrichtungen im Gegensatz zu anorganischen EL-Vorrichtungen weder Wechselstrom noch eine hohe Spannung und sie können wegen der Vielzahl von organischen Verbindungen vergleichsweise einfach in verschiedene Farben erzeugt werden. Ihre Anwendung für vollfarbige Anzeigen wird daher erwartet, und es wird daher aktive Forschung und Entwicklung betrieben, und es werden Strukturen entwickelt, die bei niedriger Spannung eine hohe Luminanz ergeben. Während anorganische EL-Vorrichtungen durch Anregung in einem elektrischen Feld lumineszieren, ergibt sich die Lumineszenz bei organischen EL-Vorrichtungen durch die Injektion von Ladungsträgern, die auftritt, wenn Löcher und Elektronen jeweils an der Anode bzw. der Kathode erzeugt werden. Die von den beiden Elektroden (Anode und Kathode) erzeugten positiven und negativen Ladungsträger wandern zur jeweils entgegengesetzten Elektrode und ihre Vereinigung erzeugt ein Exzitation. Diese Exzitationen emittieren Licht, wenn sie freigesetzt werden und diese Emission von Licht entspricht der Lumineszenz von organischen EL-Vorrichtungen. In der Vergangenheit wurden Forschungsarbeiten zu organischen EL-Vorrichtungen vor allem unter Verwendung von Einkristallen von Anthracen mit hoher Reinheit durchgeführt. Die organischen EL-Vorrichtungen mit derartigen Kristallen benötigten jedoch eine hohe Spannung, ergaben aber nur eine geringe Luminanz, einen geringen Wirkungsgrad der Lumineszenz sowie eine geringe Stabilität der Lumineszenz. 1987 berichtete Tang et al. von Eastman Kodak Co., daß ein Aufbau aus zwei laminierten dünnen organischen Schichten eine Lumineszenz von hoher Luminanz und Stabilität bei niedriger Spannung erzeugen konnte. Nach diesem Wendepunkt ist die Forschung und Entwicklung von organischen EL-Vorrichtungen mit großem Einsatz durchgeführt worden. Bei dem von Tang et al. beschriebenen Aufbau sind zwei laminierte organische Schichten, die eine lumineszierende Schicht und eine Löcher transportierende Schicht umfassen, zwischen einem Paar von Elektroden angeordnet, wobei der Aufbau eine sehr gute Eigenschaft von 1.000 cd/m^2 bei einer Spannung von 10 V zeigte, was vorher nicht zu erreichen war [Tang et al., Appl. Phys. Lett., 51(12), 913 (1987)]. In jüngerer Zeit ist eine weitere Struktur entwickelt worden, wobei bei dem von Tang et al. beschriebenen Aufbau zusätzlich eine Elektronen transportierende Schicht zwischen der Kathode und der lumineszierenden Schicht angeordnet ist, sowie eine Struktur, bei der ebenfalls in dem oben beschriebenen Aufbau von Tang et al. zusätzlich eine Löcher injizierende Schicht zwischen der Löcher transportierenden Schicht und der Anode vorgesehen ist. Als Ergebnis verschiedener Untersuchungen, die mit den Materialien durchgeführt wurden, die für die einzelnen Schichten verwendet werden, sind viele Verbesserungen im Wirkungsgrad der Lumineszenz erreicht worden, wie auch in deren Lebensdauer usw. Die Anwendung der organischen EL-Vorrichtung in einem flachen Bildschirm (wobei die organischen EL-Vorrichtungen in einer X-Y-Ebene angeordnet sind) wird in nächster Zeit erwartet. Ein monochromatisches Display mit passiv betriebener Matrix mit 256×64 Punkten ist bereits entwickelt worden [zum Beispiel H. Nakata, Display and Imaging Bd. 5, S. 273–277 (1997); H. Nakata, "Basics and Applications of Organic EL Devices", Veröffentlichung des 6th Meeting of Organic Molecular Electronics and Bioelectronics, the Japan Society of Applied Physics, S. 147–154 (1997)].

Bei der organischen EL-Platte mit 256×64 Punkten mit passiv betriebener Matrix wird gewöhnlich die Elektrode auf der Seite der Zeilen (Kathode) mit einer Einschaltdauer von $1/64$ gescannt, und die Elektrode auf der Seite der Reihen (Anode) wird parallel betrieben; es wird also ein linearer sequentieller Betrieb verwendet. Sofern für die organische EL-Platte nicht eine organische EL-Vorrichtung mit ausgezeichneter Gleichrichtung verwendet wird, ergeben in diesem Fall selbst die nicht ausgewählten Pixel eine Lumineszenz, es wird ein Kreuzkopplungs-Phänomen beobachtet, und das Display zeigt eine Abbildung von sehr schlechter Qualität. [Beispielsweise ergeben die Pixel um jeden ausgewählten Pixel Lumineszenz in Form eines Kreuzes. Die Details dazu sind beschrieben bei S. Ohtsuki, "Basics and Applications of Organic EL Devices", in der Veröffentlichung des 6th Meeting of Organic Molecular Electronics and Bioelectronics, The Japan Society of Applied Physics, S. 139–146 (1997)].

Da organische EL-Vorrichtungen lumineszierende Vorrichtungen mit positiven und negativen eingebrachten Ladungsträgern sind, fließt im Prinzip kein Strom durch die Vorrichtung, wenn eine Spannung in umgekehrter Richtung angelegt wird, d. h. wenn eine negative Spannung an der Elektrode der Schicht angelegt wird, in der Löcher transportiert werden, und eine positive Spannung an der Elektrode der Schicht angelegt wird, in der Elektronen transportiert werden. Bei der praktischen Anwendung dieser Vorrichtungen fließt jedoch in manchen Fällen eine geringe Menge eines Verluststroms, wenn eine Spannung in umgekehrter Richtung angelegt wird. Es wird angenommen, daß dieser Verluststrom verursacht wird, z. B. durch (1) inhärente Eigenschaften, die bestimmt werden durch die Materialien, aus denen die organischen Schichten und die Elektroden aufgebaut sind, und (2) physikalische Schwankungen der organischen Schichten und der Metallschichten, wie zum Beispiel die fehlende Gleichmäßigkeit in jeder der Schichten der Struktur.

Der Mechanismus des Verluststroms ist jedoch bisher noch nicht verstanden worden. Es wurde ferner berichtet, daß bei Verwendung eines bestimmten Materials für die Kathode eine verbesserte Gleichrichtung erreicht werden kann [N. Asai et al., Display and Imaging Bd. 5, S. 279–283 (1997)]. Es sind jedoch bisher nur wenige Untersuchungen zu den Herstellbedingungen von organischen EL-Vorrichtungen durchgeführt worden und es sind keine Bedingungen aufgefunden worden, die für die Herstellung einer EL-Vorrichtung mit hervorragender Gleichrichtung geeignet sind.

Werden für die Herstellung einer Platte organische EL-Vorrichtungen in einer X-Y-Ebene angeordnet und die Platte mit einem einfachen Matrixverfahren betrieben, tritt wie oben beschrieben ein Verluststrom auf, wodurch eine Vorrichtung mit geringer Gleichrichtung erhalten wird, bei der ein Kreuzkopplungs-Phänomen auftritt, wodurch ein Display mit sehr schlechter Abbildungsqualität erhalten wird.

Aufgabe der Erfindung ist es, eine organische EL-Vorrichtung zur Verfügung zu stellen, bei der eine hohe Gleichrichtung erreicht wird und gleichzeitig die Eigenschaften herkömmlicher EL-Vorrichtung erhalten bleiben, sowie eine orga-

nische EL-Platte, bei der diese Vorrichtung verwendet wird.

Die vorliegende Erfindung stellt ein Verfahren zur Herstellung einer organischen elektrolumineszierenden Vorrichtung zur Verfügung, welches zumindest umfaßt:

- (A) einen Schritt, in dem eine erste Elektrode auf einem Substrat ausgebildet wird,
- (B) einen Schritt, in dem auf der ersten Elektrode ein oder mehrere dünne Schichten aus einer organischen Verbindung ausgebildet werden, welche eine lumineszierende Schicht umfassen, und
- (C) einen Schritt, in dem auf der oder den organischen Schicht(en) eine zweite Elektrode ausgebildet wird,

wobei in dem Verfahren die Temperatur des Substrats bei einer Temperatur von 70°C oder darunter gehalten wird und die Änderungsrate der Temperatur des Substrats als absoluter Wert bei 1,5°C/s oder darunter gehalten wird während der Schritte (B) und (C), zwischen den Schritten (B) und (C) und nach Beendigung des Schrittes (C) bis zu dem Zeitpunkt, zu dem die Temperatur des Substrats Raumtemperatur entspricht.

Die Erfindung stellt weiter eine organische elektrolumineszierende Vorrichtung zur Verfügung, die nach dem oben beschriebenen Verfahren erhalten wird, sowie eine organische elektrolumineszierende Platte, bei der diese Vorrichtung verwendet wird.

Bei der vorliegenden Erfindung wird die Temperatur des Substrats während sowie vor und nach der Ausbildung der dünnen Schichten bei 70°C oder darunter gehalten und die Änderungsrate der Temperatur des Substrats wird als absoluter Wert bei 1,5°C/s oder darunter gehalten, wodurch eine organische EL-Vorrichtung mit einer ausgezeichneten Gleichrichtung hergestellt werden kann.

Um die oben beschriebene Kontrolle der Temperatur des Substrats zu ermöglichen, stellt die vorliegende Erfindung ferner eine Vakuumabscheidungs Vorrichtung zur Verfügung, umfassend zumindest:

- (1) einen Substrathalter mit einer glatten flachen Oberfläche zur Aufnahme des Substrats und
- (2) eine Steuervorrichtung für die Substrattemperatur zur Überwachung der Temperatur auf der Seite des Substrats, auf der die Schicht ausgebildet wird, welche mindestens umfaßt:
 - (2-1) einen Temperaturfühler,
 - (2-2) eine Rechneinheit und
 - (2-3) eine Wärmequelle und eine Wärmesenke.

Durch die Verwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es ferner möglich, eine organische EL-Platte herzustellen, deren Matrix einfach betrieben werden kann und die frei von Kreuzkopplung ist, eine hohe Qualität der Anzeige aufweist und die folglich eine Anzeigevorrichtung ist, die überraschend auffällig in ihren Eigenschaften verbessert ist.

Fig. 1 zeigt schematisch eine gebräuchliche organische EL-Vorrichtung;

Fig. 2 zeigt schematisch den Aufbau der Vakuumkammer der erfindungsgemäßen Vakuumabscheidungs Vorrichtung, welche die Steuerung der Temperatur des Substrats ermöglicht;

Fig. 3 zeigt die Strom-Spannungs-Kennlinien der in Beispiel 1 und Vergleichsbeispiel 1 hergestellten organischen EL-Vorrichtungen. Auf der vertikalen Achse ist die Spannung aufgetragen, die als absoluter Wert dargestellt ist, um in logarithmischer Darstellung einen Stromfluß in einer Minus-Richtung zu zeigen.

Die Erfinder haben eine Untersuchung durchgeführt, um die oben dargelegten Schwierigkeiten bei herkömmlichen organischen EL-Vorrichtungen zu lösen. Als Ergebnis wurde herausgefunden, das die Schwierigkeiten überwunden werden können, indem zum Zeitpunkt der Herstellung der organischen Schichten die Änderungsrate der Temperatur und die Temperatur auf der Seite des Substrats, auf der die Schicht hergestellt wird, innerhalb eines bestimmten Bereichs gehalten wird. Die Erfindung wurde auf der Grundlage dieses Erkenntnis fertiggestellt.

Die vorliegende Erfindung stellt ein Verfahren zur Herstellung einer organischen lumineszierenden Vorrichtung zur Verfügung, zumindest umfassend:

- (A) einen Schritt, in dem eine erste Elektrode auf einem Substrat ausgebildet wird,
- (B) einen Schritt, in dem auf der ersten Elektrode eine oder mehrere dünne Schichten aus einer organischen Verbindung ausgebildet werden, welche eine lumineszierende Schicht umfassen, und
- (C) einen Schritt, in dem auf der oder den organischen Schicht(en) eine zweite Elektrode ausgebildet wird,

wobei in dem Verfahren die Temperatur des Substrats auf der Seite, auf der die Schicht ausgebildet wird, bei 70°C oder darunter gehalten wird und die Änderungsrate der Temperatur des Substrats als absoluter Wert bei 1,5°C/s oder darunter gehalten wird während der Schritte (B) und (C), zwischen den Schritten (B) und (C) und nach Beendigung des Schrittes (C) bis zu dem Zeitpunkt, zu dem die Temperatur des Substrats Raumtemperatur entspricht.

Für die vorliegende Erfindung kann das Substrat, das zur Herstellung der organischen EL-Vorrichtung verwendet wird, unter verschiedenen Materialien ausgewählt werden, die eine ausreichend glatte Oberfläche aufweisen, die verschiedenen Belastungen standhalten, wie sie während der Herstellung der organischen EL-Vorrichtung auftreten, und die bei der Abgabe von Licht aus der hergestellten Vorrichtung nur zu einer geringen Abschwächung führen. Unter diesen Materialien ist Glas besonders bevorzugt.

Um die erfindungsgemäße Wirkung zu erzielen, wird die Änderungsrate der Temperatur auf der Seite des Substrats, auf der die Schicht ausgebildet wird, vorzugsweise bei 1,5°C/s oder darunter gehalten, bevorzugt bei 0,75°C/s oder darunter, wobei sich dies jeweils auf den absoluten Wert bezieht. Insbesondere bevorzugt wird die Temperatur des Substrats konstant gehalten.

Die erfindungsgemäße Wirkung wird zuverlässig erhalten, soweit die maximale Temperatur der Seite des Substrats, auf der die Schicht ausgebildet wird, bei 80°C oder darunter gehalten wird. Um die erfindungsgemäße Wirkung zuverlässig zu erzielen, beträgt die maximale Temperatur bevorzugt 70°C oder darunter, insbesondere bevorzugt 50°C oder

darunter.

Um das erfindungsgemäße Verfahren ausführen zu können, kann die niedrigste Temperatur des Substrats bis zu -200°C betragen. Bei einer praktischen Ausführung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die Temperatur des Substrats jedoch im Allgemeinen ungefähr bei Raumtemperatur gehalten.

Die Temperatur des Substrats auf der Seite, auf der die Schicht ausgebildet wird (diese Temperatur wird im Weiteren als "Substrattemperatur" bezeichnet), ist eine Temperatur, die gemessen wird, indem ein Temperaturfühler auf der Seite eines Substrats angebracht wird, auf der die Schichten ausgebildet werden sollen, oder auf einer ersten Elektrode, wenn die erste Elektrode auf dieser Seite ausgebildet wurde und wobei die Temperaturmessung mit Hilfe des Fühlers durchgeführt wird.

Wenn die dünnen Schichten aus organischer Verbindung einschließlich einer lumineszierenden Schicht aus zwei oder mehr laminierte Schichten sind, einschließlich einer Löcher transportierenden Schicht, einer Elektronen transportierenden Schicht usw., bezieht sich der Schritt (B) nicht nur auf die Zeit, in der jeweils eine individuelle dünne Schicht aus einer organischen Verbindung ausgebildet wird, sondern auch auf die Zeit zwischen der Ausbildung einer Schicht und der Ausbildung einer benachbarten Schicht, während der sich das Substrat in der Vakuumabscheidungsrichtung befindet.

Die Dauer der Zeit, während der die Änderungsrate der Temperatur und die Temperatur auf der Seite des Substrats, auf der die Schicht ausgebildet wird, überwacht wird, bezieht sich bevorzugt auf die gesamte Dauer, die sich zumindest von dem Zeitpunkt, zu dem der Hauptverschluss der Vakuumabscheidungsrichtung geöffnet wird, um mit der Ausbildung einer ersten dünnen Schicht aus einer organischen Verbindung zu beginnen, bis zu dem Zeitpunkt erstreckt, zu dem nach der Ausbildung einer zweiten Elektrode das Substrat auf Raumtemperatur abgekühlt und aus der Vakuumabscheidungsrichtung entnommen wird.

Der Zeitpunkt, zu dem mit der Temperatursteuerung des Substrats begonnen wird, entspricht demnach dem Zeitpunkt, zu dem der Hauptverschluß der Vakuumabscheidungsrichtung geöffnet wird. Bei der praktischen Ausübung des erfindungsgemäßen Verfahrens kann mit der Überwachung der Temperatur des Substrats auch schon früher begonnen werden, d. h. von dem Zeitpunkt an zu dem mit dem Aufheizen der Verdampferquelle begonnen wird.

Durch die Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es möglich geworden eine organische EL-Vorrichtung herzustellen, die nur einen geringen Verluststrom aufweist, wenn eine Spannung in umgekehrter Richtung angelegt wird.

Es wird angenommen, daß bei der erfindungsgemäßen organischen EL-Vorrichtung der Grund für die Verbesserung der Gleichrichtung darin liegt, daß die mikroskopischen Fehlstrukturen in der Grenzfläche, die durch die Wärmebelastung erzeugt werden, die durch den Unterschied in den thermischen Eigenschaften der einzelnen Materialien verursacht werden, aus welchen die verschiedenen Schichten bestehen, verringert werden, indem die Änderung der Temperatur des Substrats minimiert wird, wodurch sich der Verluststrom der organischen EL-Vorrichtung verringert.

Bei der vorliegenden Erfindung werden die Schritte (B) und (C) bevorzugt durch Abscheidung im Vakuum durchgeführt. Vakuumabscheidung stellt eine Technik dar, bei der eine Verdampfungsquelle im Vakuum erhitzt wird um einen Dampf oder Cluster zu erzeugen und der Dampf oder die Cluster auf einem Substrat abgeschieden werden. Zum Aufheizen kann ein Aufheizen mit einem Elektronenstrahl verwendet werden, wobei ein Elektronenstrahl direkt auf das Material einwirkt und dieses erhitzt, Widerstandsheizungen usw.

Die Erfindung stellt ferner eine Vakuumabscheidungsrichtung zur Verfügung, umfassend zumindest:

- (1) einen Substrathalter mit einer glatten flachen Oberfläche zur Aufnahme eines Substrats und
- (2) eine Steuervorrichtung für die Substrattemperatur zur Überwachung der Temperatur der Seite des Substrats, auf der die Schicht ausgebildet wird, welche mindestens umfasst:
 - (2-1) einen Temperaturfühler,
 - (2-2) eine Rechneinheit und
 - (2-3) eine Wärmequelle und eine Wärmesenke.

Die vom Temperaturfühler ermittelte Änderung der Temperatur des Substrats wird in einer Rechneinheit bewertet, ein Signal von der Einheit an die Wärmequelle und die Wärmesenke abgegeben, so daß eine Temperaturänderung des Substrats ausgeglichen wird und die Änderungsrate der Temperatur und die Temperatur des Substrats vorgewählt werden können.

Die Verwendung einer solchen Steuereinrichtung für die Temperatur des Substrats ermöglicht es, die Änderung der Temperatur des Substrats, die während der Ausbildung der Schichten auftritt, abzumildern und ferner die Temperatur des Substrats während der Ausbildung der Schichten bei 70°C oder darunter zu halten, wodurch die Herstellung einer organischen EL-Vorrichtung von hoher Qualität möglich geworden ist.

Bevorzugt sind die Wärmequelle und die Wärmesenke sowie der Substrathalter in einem Teil integriert.

Weiter kann bevorzugt die in der Vakuumabscheidungsrichtung vorgesehene Temperaturüberwachung die Seite des Substrats, auf der eine Schicht ausgebildet wird, bei einer Temperatur von 70°C oder darunter halten, und die Änderungsrate der Temperatur (ausgedrückt als absoluter Wert) der Seite des Substrats, auf der eine Schicht ausgebildet wird, bei $1,5^{\circ}\text{C/s}$ oder darunter.

Der Substrathalter weist bevorzugt auf der glatten ebenen Fläche eine raue Oberfläche mit (1) einer arithmetisch gemittelten Rauigkeit (R_a) von 200 nm oder darunter und (2) einer maximalen Höhe (R_y) von 800 nm oder darunter auf, die nach JIS B 0601-1994 gemessen werden. Sofern die Oberflächenrauigkeit des Substrathalters die beiden oben genannten Bedingungen erfüllt, ist die Berührungsfläche zwischen dem Substrat und dem Halter groß und die Überwachung der Temperatur des Substrats durch die Wärmequelle und die Wärmesenke (die zusammen mit dem Substrathalter in einem Teil zusammengefaßt sind) wird verbessert.

Zwischen der glatten ebenen Fläche des Substrathalters und dem Substrat kann ein weiches Metall eingefüllt werden, so daß kein Zwischenraum verbleibt. Indem zwischen dem Substrat und dem Substrathalter ein Metall eingefüllt wird, kann die Steuerbarkeit der Temperatur des Substrats weiter verbessert werden.

Als weiches Metall kann Indium oder Aluminium usw. angeführt werden. Im Allgemeinen wird für diesen Zweck eine

auf dem Markt angebotene Indiumfolie oder etwas vergleichbares verwendet.

In den Schritten (B) und (C) wird geeignet die erfindungsgemäße Vakuumabscheidungs Vorrichtung verwendet.

Durch die Erfindung wird weiter eine organische elektrolumineszierende Vorrichtung zur Verfügung gestellt, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung einer organischen elektrolumineszierenden Vorrichtung erhalten wurde.

Die erfindungsgemäße organische elektrolumineszierende Vorrichtung wird geeignet in einer organischen elektrolumineszierenden Platte verwendet, bei der eine Vielzahl der Vorrichtungen in Form einer Matrix angeordnet sind. Die unter Verwendung der erfindungsgemäßen organischen EL-Vorrichtung hergestellte Displayplatte zeigt einen geringen Verluststrom bei Anlegen einer Spannung in umgekehrter Richtung, zeigt eine geringe Kreuzkopplung und eine hohe Qualität der Anzeige.

Fig. 1 ist eine schematische Darstellung, in der der Aufbau einer gewöhnlichen organischen EL-Vorrichtung gezeigt ist. Eine transparente Elektrode **12** ist auf einem Substrat **11** aufgeformt; eine Löcher transportierende Schicht **13**, eine lumineszierende Schicht **14** und eine Elektronen transportierende Schicht **15** sind in dieser Reihenfolge auf der transparenten Elektrode **12** aufgeformt; auf der Elektronen transportierenden Schicht **15** ist eine Kathode **16** aufgeformt.

Bei der Ausübung des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Herstellung einer organischen EL-Vorrichtung bestehen keine besonderen Einschränkungen im Hinblick auf die Struktur usw. der hergestellten Vorrichtung; es können daher die Ergebnisse früherer Untersuchungen und Entwicklungen verwendet werden. Dies bedeutet, daß ein bekanntes Substrat verwendet werden kann, eine bekannte Anode, verschiedene bekannte organische Materialien, eine bekannte Kathode, usw. In **Fig. 1** ist schematisch eine organische EL-Vorrichtung dargestellt, die drei organische Schichten **13**, **14** und **15** umfaßt.

In **Fig. 1** ist es möglich, eine der beiden Schichten für den Transport der Ladungsträger oder beide der zwei Schichten für den Transport der Ladungsträger mit der lumineszierenden Schicht zu kombinieren oder die Anzahl der drei Schichten auf vier oder mehr Schichten zu verändern.

Es ist ferner möglich zwei oder mehr Materialien für jede der organischen Schichten zu verwenden. Das Substrat kann auf der Seite der Kathode vorgesehen sein und das Licht kann zu beiden der möglichen Seiten herausgeführt werden. Bei der Abfolge der Herstellung der Vorrichtung wird im Fall der Vorrichtung aus **Fig. 1** auf dem Substrat eine Anode, eine Löcher transportierende Schicht, eine lumineszierende Schicht, eine Elektronen transportierende Schicht und eine Kathode in dieser Reihenfolge aufgebracht, da diese Abfolge vergleichsweise einfach durchzuführen ist; es bestehen jedoch keine besonderen Einschränkungen für diese Abfolge. Wird das Substrat auf der Seite der Kathode vorgesehen, ist es einfach, eine Kathode, eine Elektronen transportierende Schicht, eine lumineszierende Schicht, eine Löcher transportierende Schicht und eine Anode in dieser Reihenfolge aufzubringen. Auch in diesem Fall bestehen keine besonderen Einschränkungen.

Fig. 2 zeigt eine Ausführungsform der Vakuumkammer der erfindungsgemäßen Vakuumabscheidungs Vorrichtung (bei der eine Steuereinrichtung für die Temperatur des Substrats vorgesehen ist). In **Fig. 2** wird ein Substrat **24** (auf dem eine Schicht ausgebildet werden soll) auf einem Substrathalter fixiert, der zusammen mit einer Wärmequelle und einer Wärmesenke in einem Teil integriert ist. Auf dem Substrat **24** ist ein Thermoelement **23** vorgesehen, mit dem die Temperatur des Substrats gemessen werden kann. Wird eine erste Elektrode auf das Substrat **24** aufgebracht, ist das Thermoelement **23** auf der ersten Elektrode vorgesehen.

Die Temperatur des Substrats wird in der folgenden Weise gesteuert. Die Temperatur des Substrats und die Rate der Änderung werden beide mit dem Thermoelement **23** gemessen und mit einer Rechneinheit **21** bewertet; von der Rechneinheit **21** wird ein Signal an die Wärmequelle und -senke **22** gesandt, die zusammen mit dem Substrathalter in einem Teil integriert sind (im Weiteren wird diese Wärmequelle und -senke als "Wärmequelle und -senke mit Substrathalter" bezeichnet), so daß eine Temperaturänderung, die im Substrat aufgetreten ist, ausgeglichen wird und die Änderungsrate der Temperatur des Substrats und die Substrattemperatur innerhalb bestimmter Bereiche gehalten werden, d. h. bei 1,5°C/s oder darunter bzw. 70°C oder darunter. Auf der Grundlage dieses Signals bewirkt die Wärmequelle und -senke mit dem Substrathalter einen Wärmeaustausch mit dem Substrat.

Die einzelnen Materialien für die Ausbildung der Schichten sind in entsprechenden Verdampfungsquellen **27** vorgesehen und werden mit Hilfe von Widerstandsheizungen oder Elektronenstrahl erhitzt. Die Ausbildung einer Schicht wird durch das Öffnen des Verschlusses **26** der Verdampfungsquelle und des Hauptverschlusses **25** ausgelöst und wird beendet durch das Verschließen des Hauptverschlusses **25**.

Die Wärmequelle und -senke **22** mit Substrathalter und das Thermoelement **23** sind einer Vakuumatmosphäre ausgesetzt; deshalb müssen sie, wie auch die anderen Teile, aus solchen Materialien oder in einem solchen Aufbau ausgeführt sein, daß sie keine unerwünschten Auswirkungen auf das Vakuumsystem haben. Das Thermoelement **23** dient dazu, die Temperatur der Substratoberfläche zu überwachen und es wird in **Fig. 2** ein Thermoelement verwendet; es können jedoch auch zwei Thermoelemente verwendet werden. Besitzt das Substrat eine größere Ausdehnung oder werden mehrere Verdampfungsquellen verwendet, werden bevorzugt mehrere Thermoelemente verwendet. In diesem Fall wird die Position und die Größe jedes Thermoelements so gewählt, daß der Strom des Dampfes, der sich auf das Substrat bewegt, nicht behindert wird. Die Wärmequelle und -senke **22** mit Substrathalter bewirkt den Wärmeaustausch mit dem Substrat und gleicht die Temperaturänderung des Substrats aus.

Bei der vorliegenden Erfindung weist die Wärmequelle und -senke **22** mit Substrathalter bevorzugt an der Oberfläche, die mit dem Substrat **24** in Kontakt steht, eine Oberflächenrauigkeit von (1) einer arithmetisch gemittelten Rauigkeit (Ra) von 200 nm oder darunter auf und (2) eine maximale Höhe (Ry) von 800 nm oder darunter, die nach JIS B 0601-1994 bestimmt werden. Da die Wärmequelle und -senke **22** mit Substrathalter eine solch glatte Oberfläche hat, wird eine starke Haftung zwischen dem Substrat und der Wärmequelle und -senke **22** mit Substrathalter erreicht und selbst unter Hochvakuum wird eine rasche Wärmeleitung ermöglicht.

Es ist festzustellen, daß die oben beschriebene gute Wärmeleitfähigkeit nicht erreicht werden kann, sofern die Rauigkeit der Oberfläche des Substrats auf der Seite, die mit der Wärmequelle und -senke **22** mit Substrathalter in Kontakt steht, gleich oder geringer ist als die Rauigkeit der Oberfläche der Wärmequelle und -senke **22** mit Substrathalter. So-

fern die Haftung zwischen den beiden Oberflächen nicht ausreichend ist, kann keine gleichmäßige Wärmeleitung erfolgen und die Steuerbarkeit der Substrattemperatur ist nur unzufriedenstellend (beispielsweise tritt eine zeitliche Verzögerung bei der Überwachung der Temperatur auf).

Es kann zwischen der glatten ebenen Fläche des Substrathalters und dem Substrat ein weiches Metall eingefüllt werden, so daß kein Hohlraum verbleibt. Indem zwischen dem Substrathalter und dem Substrat ein Metall eingefüllt wird, kann die Steuerbarkeit der Temperatur des Substrats weiter verbessert werden.

Als weiches Metall kann Indium und Aluminium usw. genannt werden. Geeignet wird eine auf dem Markt erhältliche Indiumfolie oder etwas vergleichbares für diesen Zweck verwendet.

Indem eine relativ weiche Metallfolie (z. B. Indium) oder etwas vergleichbares zwischen die beiden Oberflächen gelegt wird und indem die Flächen wegen der besseren Haftung unter Druck verbunden werden, wird ein gleichmäßiger Wärmetransport zwischen dem Substrat 24 und der Wärmequelle und -senke 22 mit Substrathalter erreicht. Durch eine derartige Metallfolie wird nicht nur die Temperatursteuerung bei Verwendung zwischen zwei Oberflächen mit schlechter Haftung verbessert sondern auch bei Verwendung zwischen Oberflächen, die gut aneinander haften.

Die Rechneinheit 21 berechnet die Temperaturänderung des Thermoelements und sendet ein Signal an die Wärmequelle 22 und -senke 22 mit Substrathalter, so daß die Temperaturänderung ausgeglichen wird. Die Wärmequelle und -senke 22 mit Substrathalter verändert die Temperatur des Substrats in Abhängigkeit von dem ausgesandten Signal.

Durch den oben beschriebenen Mechanismus kann während der Ausbildung der Schicht die Änderungsrate der Temperatur des Substrats (ausgedrückt als absoluter Wert) vorzugsweise in einem Bereich von 1,5°C/s oder darunter gehalten werden, besonders bevorzugt in einem Bereich von 0,75°C/s oder darunter, insbesondere bevorzugt bei 0°C (konstante Substrattemperatur) und die Temperatur des Substrats kann bei 70°C oder darunter gehalten werden. Die Wärmequelle und -senke 22 kann einen Aufbau mit einer im Inneren vorgesehenen Heizung und Kühlung aufweisen, oder einen Aufbau bei dem im Inneren eine inerte Flüssigkeit oder etwas vergleichbares zirkuliert.

Im Inneren der Vakuumkammer der Vakuumabscheidungs Vorrichtung ist weiter die notwendige Anzahl weiterer notwendiger Teile vorgesehen (nicht in Fig. 2 dargestellt), wie eine Vorrichtung zur Überwachung der Verdampfungsrate, Masken für die Ausbildung von Mustern auf der Schicht usw. In Fig. 2 sind drei Verdampferquellen vorgesehen, je nach Anzahl der durch Vakuumabscheidung auszubildenden Schichten können jedoch auch mehr Verdampferquellen vorgesehen werden.

Im Allgemeinen erhöht sich die Temperatur des Substrats während der Ausbildung der Schicht durch Vakuumabscheidung mit Beginn des Aufheizens einer Verdampferquelle allmählich. Gleichzeitig mit dem Öffnen eines Hauptverschlusses steigt der Temperaturanstieg des Substrats rasch an und der Temperaturanstieg hält an, bis der Hauptverschluss wieder geschlossen wird. Der erste wesentliche Punkt der Erfindung liegt darin, daß die Steigerung der Substrattemperatur vom Beginn des Aufheizens der Verdampferquelle bis zur Beendigung der Ausbildung der Schicht abgemildert wird und darüber hinaus die Substrattemperatur bei 70°C oder darunter gehalten wird. Die Änderungsrate der Substrattemperatur liegt vorzugsweise bei 1,5°C/s oder darunter, besonders bevorzugt bei 0,75°C/s oder darunter, insbesondere bevorzugt bei Null (konstante Substrattemperatur), auch nachdem der Hauptverschluss geöffnet worden ist.

Sobald die Ausbildung der Schicht beendet ist, wird der Hauptverschluss geschlossen und das Heizen der Verdampferquelle beendet (die Wärmezufuhr wird Null), und die Temperatur des Substrats fällt rasch ab. Der zweite wichtige Punkt der Erfindung liegt darin, daß diese Abnahme der Temperatur abgemildert wird. Der Temperaturabfall des Substrats beträgt vorzugsweise 1,5°C/s oder darunter, insbesondere bevorzugt 0,75°C/s oder darunter.

Ein derartiger Anstieg oder Abfall der Substrattemperatur ist wesentlich für die Vakuumdampfabscheidung, insbesondere von hochsiedenden Materialien und bei bekannten Verfahren zur Herstellung von organischen EL-Vorrichtungen führt dies zu Schwierigkeiten insbesondere bei der Ausbildung einer Elektrodenschicht aus einem metallischen Material. Die Änderungsrate der Substrattemperatur kann Abhängigkeit von den jeweils verwendeten organischen Materialien, der Stabilität der Abscheidungsrate, der Dicke der jeweils ausgebildeten Schicht usw. auch bei der Ausbildung von dünnen Schichten aus organischen Verbindungen groß werden. Deshalb wird bei der tatsächlichen Ausführung der erfindungsgemäßen Herstellung von organischen EL-Vorrichtungen mit niedrigem Verluststrom die Steuereinrichtung für die Substrattemperatur vorzugsweise während aller Schritte betrieben, in denen die Schichten in der Vakuumabscheidungs Vorrichtung abgeschieden werden, wie auch während der Schritte vor und nach den Schritten der Ausbildung der Schichten (mit Ausnahme des Schrittes bevor die erste Schicht auf dem Substrat ausgebildet wird).

Werden viele Schichten ausgebildet, können aufeinander folgende Verdampfungen durchgeführt werden, ohne daß die Zeit abgewartet wird, die benötigt wird, um die Temperatur der bereits verwendeten Verdampferquelle auf die Anfangstemperatur abzusenken, solange die oben beschriebene Änderungsrate der Temperatur und die Temperatur des Substrats beibehalten werden können.

Da jede Verdampferquelle auch als Wärmequelle wirkt, wurde bedacht, daß die Änderungsrate der Substrattemperatur gering ist, wenn der Abstand zwischen der Verdampferquelle und dem Substrat ausreichend groß ist, und daß in Abhängigkeit von der Stärke der jeweils gebildeten Schicht, der Rate der Vakuumabscheidung, der Form der Verdampferquelle, usw. die durch die Erfindung bestimmte Anstiegsrate der Temperatur und die Substrattemperatur eingehalten werden können, auch wenn keine Überwachung der Temperatur stattfindet. Wird der Abstand zwischen der Verdampferquelle und dem Substrat zu groß, haftet der in der Verdampferquelle erzeugte Dampf außer auf dem Substrat auch in großer Menge im Inneren der Vakuumkammer fest, so daß der Nutzungsgrad des Materials für die Ausbildung von Schichten gering wird. Beim vorliegenden Verfahren kann der Abstand zwischen dem Substrat und der Verdampferquelle gering gehalten werden da eine Steuereinrichtung für die Substrattemperatur verwendet wird und daher ein Anstieg der Substrattemperatur unterdrückt werden kann, weshalb eine effiziente Nutzung des Materials für die Ausbildung von Schichten möglich ist. Dies ist ein anderer wichtiger Punkt der Erfindung.

BEISPIELE

Die Erfindung wird im Weiteren anhand von Beispielen genauer erläutert. Die Erfindung ist jedoch nicht auf die Bei-

spiele beschränkt, solange nicht vom Kern und vom Umfang der Erfindung abgewichen wird.

[Beispiel 1]

Schritt (A) (Herstellung der ersten Elektrode)

Auf einem Glassubstrat mit einer Stärke von 0,7 mm wurde eine ITO (Indiumzinnoxid)-Schicht durch Sputtern ausgebildet, so daß der Widerstand der Schicht $15 \Omega/\square$ betrug; der überschüssige Anteil wurde durch Ätzen (Strukturieren) entfernt, wodurch ein Substrat mit einer ITO-Anode (erste Elektrode) erhalten wurde (im Weiteren wird in diesem Abschnitt das Substrat mit der ersten Elektrode einfach als "Substrat" bezeichnet). Das Substrat wurde im Ultraschall in einer neutralen Reinigungslösung und anschließend in Isopropanol gereinigt, dann ausreichend getrocknet und unter Erwärmen auf 110°C für 5 Minuten mit UV-Ozon gereinigt.

Schritt (B) (Ausbildung der dünnen Schichten aus organischer Verbindung)

Das oben erhaltene Substrat wurde mit der Seite, auf der sich keine erste Elektrode befindet, auf eine Wärmequelle und -senke mit Substrathalter, die in der Vakuumkammer einer Vakuumabscheidungsanordnung mit Widerstandsheizung und die eine Vorrichtung zur Steuerung der Substrattemperatur aufwies, gelegt und dort befestigt. Um die Haftung zwischen dem Substrat und dem Substrathalter zu verbessern, wurden diese unter Druck miteinander verbunden, wobei eine Indiumfolie zwischen gelegt wurde.

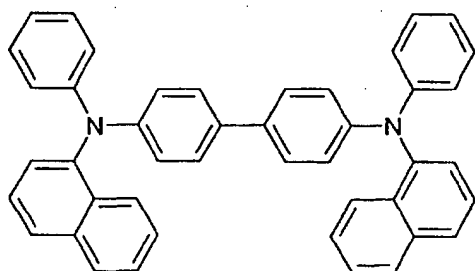
Die in diesem Beispiel verwendete Vakuumabscheidungsanordnung wies 5 Verdampferquellen auf und der Abstand zwischen den Verdampferquellen und der Oberfläche des Substrats betrug ungefähr 30 cm.

Die Wärmequelle und -senke bestand aus Edelstahl und die Steuerung der Temperatur erfolgte indirekt über eine inerte fluor-basierende Flüssigkeit, indem die Flüssigkeit im Inneren zirkulierte. Die Wärmequelle und -senke wies auf der Oberfläche, die mit dem Substrat in Berührung stand eine Oberflächenrauigkeit von (1) einer arithmetisch gemittelten Rauigkeit (R_a) = 200 nm oder darunter und (2) eine maximale Höhe (R_y) = 800 nm oder darunter auf.

Als nächstes wurden die Rohmaterialien für alle auszubildenden Schichten in die jeweiligen Verdampferquellen in der folgenden Weise eingefüllt.

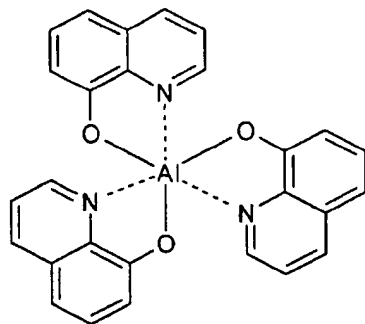
(1) 200 mg eines Materials für die Löcher transportierende Schicht, d. h. N,N'-Diphenyl-N,N'-bis(α -naphthyl)-1,1'-biphenyl-4,4'-diamin (im Weiteren als α -NPD abgekürzt) wurden in ein Molybdänschiffchen gegeben und das Schiffchen anschließend in die Verdampferquelle eingesetzt.

Die Struktur von α -NPD ist unten gezeigt.



(2) 200 mg eines Materials für die grün lumineszierende Schicht sowie auch für die Elektronen transportierende Schicht, d. h. Tris(8-hydroxychinolinol)aluminium (im Weiteren als Alq abgekürzt), wurden in ein Molybdänschiffchen gegeben und das Schiffchen in eine Verdampferquelle eingesetzt.

Die Struktur von Alq ist unten gezeigt.



(3) 2 g Aluminium und 0,5 g Lithium wurden beide als Material für die Kathode jeweils in Wolframschiffchen gegeben und die Wolframschiffchen jeweils in die Verdampferquellen eingesetzt. Das Lithium wurde rasch eingefüllt, um eine Oxidation der Oberfläche zu vermeiden und unmittelbar nach dem Einsetzen wurde mit der Evakuierung der Vakuumkammer begonnen.

Anschließend wurde das Vakuum innerhalb der Vakuumkammer auf einen Wert von ungefähr 10^{-5} Pa abgesenkt, die Temperaturregelung eingeschaltet und mit der Steuerung der Substrattemperatur begonnen. Das Molybdänschiffchen

mit dem α -NPD wurde langsam erhitzt; nachdem sich die Abscheidungsrate bei ungefähr 0,1 nm/s stabilisiert hatte wurde der Hauptverschluss geöffnet und mit der Ausbildung der Schicht begonnen. Nachdem die Schicht eine Dicke von 50 nm erreicht hatte, wurde der Hauptverschluss geschlossen und die Ausbildung der Löcher transportierenden Schicht beendet. In der gleichen Weise wurde Alq mit einer Abscheidungsrate von ungefähr 0,1 nm/s abgeschieden, um eine lumineszierende Schicht (die auch als Elektronen transportierende Schicht wirkte) auszubilden, die eine Stärke von 70 nm aufwies. Bei der Ausbildung dieser organischen Schichten wurde nur eine Maske verwendet und es wurde ein Muster der organischen Schichten ausgebildet.

Schritt (C) (Ausbildung der zweiten Elektrode)

Anschließend an den Schritt (B) wurde eine Maske für die Kathode aufgelegt bei der verwendeten Vakuumabscheidungs-
vorrichtung wurden die Maske für die Kathode und die Maske für die dünnen Schichten aus organischem Material
zuvor in die Vakuumkammer gegeben und jede der Masken konnte von außerhalb der Vakuumkammer ausgewählt wer-
den. Nach dem Aufsetzen der Maske für die Kathode wurde das Wolframschiffchen mit dem Lithium und das Wolfram-
schiffchen mit dem Aluminium erhitzt und die Abscheidungsrate des Lithiums und des Aluminiums wurden so gesteu-
ert, daß der Anteil des Lithiums bezogen auf das Aluminium ungefähr 0,1% betrug. Anschließend wurde der Hauptver-
schluss geöffnet. Die Rate für die Ausbildung der Kathodenschicht betrug 2 nm/s. Nachdem die Stärke der Kathoden-
schicht 250 nm erreicht hatte, wurde der Hauptverschluss geschlossen und die Heizung der beiden Verdampferquellen
abgeschaltet.

Erfindungsgemäß werden die Schritte (B) und (C) bevorzugt durch Abscheidung aus der Dampfphase durchgeführt.
Die Vakuumabscheidung ist eine Technik, bei der die Verdampferquelle im Vakuum erhitzt wird, um einen Dampf oder
Cluster zu erzeugen, und der Dampf oder die Cluster auf einem Substrat abgeschieden werden. Zum Erhitzen kann ein
Erhitzen mit einem Elektronenstrahl verwendet werden, bei dem ein Elektronenstrahl auf ein Material gerichtet wird, um
dieses direkt zu erhitzen, oder Widerstandsheizen, usw.

Im vorliegenden Beispiel wurde eine Mischung aus Lithium und Aluminium als Kathode verwendet. Dem Aluminium
wurde Lithium beigegeben, um eine höhere Wirksamkeit bei der Injektion von Elektronen zu erreichen und es ist aus-
reichend, daß das Lithium bis zu einer Höhe von mehreren zehn nm, gemessen von der Grenzfläche zwischen den orga-
nischen Schichten und der Kathode, vorhanden ist. Die Abscheidung von Lithium kann beendet werden, wenn die Stärke
der lithiumhaltigen Aluminiumschicht die oben beschriebenen mehreren zehn nm erreicht hat, wobei anschließend die
Ausbildung der Kathode nur mit Aluminium fortgesetzt werden kann.

Nach Beendigung der Ausbildung aller Schichten wurde das Produkt auf Raumtemperatur abgekühlt, wobei die Steue-
rung der Substrattemperatur so geführt wurde, daß die Änderungsrate der Substrattemperatur 1,5°C/s oder darunter be-
trug. Anschließend wurde langsam trockener Stickstoff in die Vakuumkammer eingeführt.

Nachdem der Innendruck der Vakuumkammer Atmosphärendruck angenommen hatte, wurde das Produkt rasch ent-
nommen und unter trockenem Stickstoff mit einem Deckel und Klebstoff versiegelt.

Die Substrattemperatursteuerung erfolgte so lange, bis die Vakuumkammer geöffnet und die vollständige Vorrichtung
entnommen wurde. Während des Betriebs der Substrattemperatursteuerung betrug die höchste Temperatur der Substrat-
oberfläche ungefähr 60°C und sie überstieg 70°C nicht. Auf einem Stück des Substrats wurden 4 lumineszierende Berei-
che von jeweils 2 mm x 2 mm ausgebildet, wodurch 4 Pixel mit jeweils derselben Struktur auf einem Substrat ausgebil-
det wurden.

[Vergleichsbeispiel 1]

In der gleichen Weise wie bei Beispiel 1 wurde eine organische EL-Vorrichtung mit dem selben Aufbau wie in Bei-
spiel 1 hergestellt, wobei jedoch die Steuerung der Substrattemperatur während der Schritte der Ausbildung der Schich-
ten nicht betrieben wurde (Erhitzen der Verdampferquelle von α -NPD – Ausbildung der Schicht – Beenden des Erhitzens
– Ruhen – Erhitzen der Verdampferquelle für Alq – Ausbildung der Schicht – Beenden des Erhitzens – Ruhen – Erhitzen
der Verdampferquelle der Kathodenmaterialien – Ausbildung der Schicht – Beenden des Erhitzens – Ruhen – Ent-
nahme). Da Substrattemperatursteuerung nicht betrieben wurde, stieg die Temperatur des Substrats mit Beginn des Er-
hitzens jeder Verdampferquelle allmählich an, stieg mit Öffnen des Hauptverschlusses rasch an, und stieg weiter an, bis
der Hauptverschluss wieder geschlossen wurde. Gleichzeitig mit dem Verschließen des Hauptverschlusses und der Be-
endigung des Erhitzens jeder Verdampferquelle fiel die Temperatur des Substrats rasch ab. Dieses Verhalten hatte we-
sentlichen Einfluß auf die Ablagerung, insbesondere der metallischen Materialien der Kathode. Die Anstiegsrate der
Substrattemperatur betrug während der Ausbildung der Kathodenschicht maximal 2,1°C/s; die Abfallrate der Substrat-
temperatur nach Ausbildung der Kathodenschicht betrug maximal –1,8°C/s; und die Substrattemperatur überstieg 70°C
und betrug ungefähr 80°C.

Während der Ausbildung der organischen Schichten überstieg die Änderungsrate der Substrattemperatur während der
Ausbildung der Alq-Schicht 1,5°C/s (Alq wies die höchste Verdampfungstemperatur unter den organischen Materialien
auf).

[Beispiel 2]

Schritt (A) (Ausbildung der ersten Elektrode)

Auf einem Substrat wurde eine ITO-Anode (erste Elektrode) aufgeformt und das erhaltene Material in der gleichen
Weise wie in Beispiel 1 gereinigt, wodurch der Schritt (A) vollendet wurde.

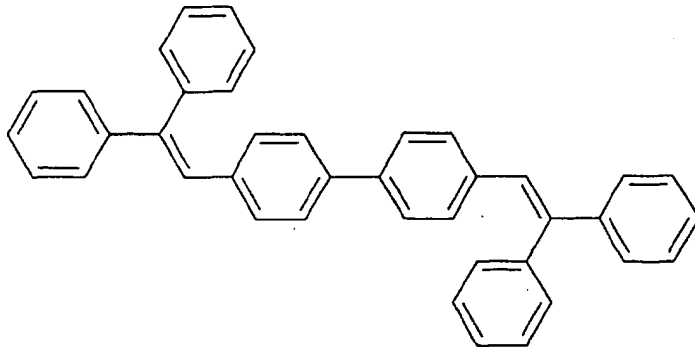
Schritt (B) (Ausbildung der dünnen Schichten aus organischem Material)

In diesem Schritt und im anschließenden Schritt (C) wurde dieselbe Vakuumabscheidungsanordnung wie in Beispiel 1 verwendet. Das Substrat wurde in der gleichen Weise wie in Beispiel 1 auf einem Substrathalter befestigt, der zusammen mit einer Wärmequelle und -senke in einem einzigen Teil integriert war; die folgenden Materialien für die Ausbildung der Schichten wurden jeweils in Schiffchen gegeben und in die jeweiligen Verdampferquellen eingesetzt. Es wurden die gleichen Schiffchen wie in Beispiel 1 verwendet, d. h. aus Molybdän hergestellte Schiffchen für jedes organische Material und ein aus Wolfram hergestelltes Schiffchen für jedes Kathodenmaterial.

(1) 200 mg α -NPD als Material für die Löcher transportierende Schicht.

(2) 200 mg 4,4'-Bis(2,2'-diphenylvinyl)biphenyl (im Weiteren als DPVBi abgekürzt) als Material für eine blau lumineszierende Schicht.

Die Struktur von DPVBi ist unten gezeigt.



(3) 200 mg Alq als Material für die Elektronen transportierende Schicht.

(4) 2 g AL als Material für die Kathode—

(5) 0,5 g Li als Material für die Kathode.

Beim Einfüllen des Li wurde die gleiche Sorgfalt wie bei Beispiel 1 verwendet.

Anschließend wurde in der gleichen Weise wie bei Beispiel 1 evakuiert; nachdem ein Vakuum in der Größenordnung von 10^{-5} Pa erreicht worden war, wurde mit der Steuerung der Substrattemperatur mit Hilfe einer Substrattemperatursteuerung begonnen.

Daran anschließend wurde das Molybdänschiffchen, welches α -NPD enthielt, langsam erhitzt; nachdem die Abscheidungsrate auf etwa 0,1 nm/s stabilisiert war, wurde der Hauptverschluss geöffnet und mit der Ausbildung der Schicht begonnen. Nachdem die Dicke der Schicht 50 nm erreicht hatte, wurde der Hauptverschluss geschlossen und die Ausbildung der Löcher transportierenden Schicht beendet. In der gleichen Weise wurde DPVBi mit einer Abscheidungsrate von ungefähr 0,1 nm/s abgeschieden, um eine lumineszierende Schicht mit einer Stärke von 50 nm auszubilden. Ferner wurde in der gleichen Weise Alq mit einer Abscheidungsrate von ungefähr 0,1 nm/s abgeschieden, um eine Elektronen transportierende Schicht mit einer Stärke von 40 nm auszubilden. Bei der Ausbildung dieser organischen Schichten wurde nur eine einzelne Maske mit der gleichen Gestalt wie bei Beispiel 1 verwendet, wodurch Muster der organischen Schichten ausgebildet wurden.

Schritt (C) (Ausbildung der zweiten Elektrode)

Anschließend wurde eine Maske für die Kathode vorbereitet und in der gleichen Weise wie bei Beispiel 1 eine Kathode aufgeformt. Nach der Aufformung wurde die Substrattemperatur mit einer bestimmten Änderungsrate auf Raumtemperatur abgekühlt und darauf in der gleichen Weise wie bei Beispiel 1 eine Versiegelung durchgeführt, wodurch eine EL-Vorrichtung erhalten wurde.

Die Substrattemperatursteuerung wurde bis zum Öffnen der Vakuumkammer und der Entnahme der vollständigen Vorrichtung betrieben. Während des Betriebs der Substrattemperatursteuerung betrug die höchste Temperatur auf der Oberfläche des Substrats ungefähr 60°C und überstieg nicht 70°C. Auf einem Substratstück wurden 4 lumineszierende Bereiche von jeweils 2 mm x 2 mm ausgebildet, wodurch 4 Pixel mit jeweils der gleichen Struktur auf dem Substrat aufgeformt wurden.

[Vergleichsbeispiel 2]

In der gleichen Weise wie bei Beispiel 2 wurde eine organische EL-Vorrichtung mit der gleichen Struktur wie in Beispiel 2 hergestellt, wobei jedoch die Substrattemperatursteuerung während der Schritte der Ausbildung der Schichten nicht betrieben wurde (Erhitzen der Verdampferquelle von α -NPD – Ausbildung der Schicht – Beenden des Erhitzens – Ruhen – Erhitzen der Verdampferquelle für DPVBi – Ausbildung der Schicht – Beenden des Erhitzens – Ruhen – Erhitzen der Verdampferquelle für Alq – Ausbildung der Schicht – Beenden des Erhitzens – Ruhen – Erhitzen der Verdampferquelle der Kathodenmaterialien – Ausbildung der Schicht – Beenden des Erhitzens – Ruhen – Entnahme). Da die Substrattemperatursteuerung nicht betrieben wurde, stieg die Temperatur des Substrats mit Beginn des Erhitzens jeder Verdampferquelle allmählich an, stieg mit Öffnen des Hauptverschlusses rasch an, und stieg weiter an, bis der Hauptverschluss wieder geschlossen wurde. Gleichzeitig mit dem Verschließen des Hauptverschlusses und der Beendigung des Erhitzens jeder Verdampferquelle fiel die Temperatur des Substrats rasch ab. Dieses Verhalten hatte wesentlichen Einfluß

auf die Abscheidung, insbesondere der metallischen Materialien der Kathode. Die Anstiegsrate der Substrattemperatur betrug während der Ausbildung der Kathodenschicht maximal 2,2°C/s; die Abfallrate der Substrattemperatur nach Ausbildung der Kathodenschicht betrug maximal -1,8°C/s; und die Substrattemperatur überstieg 70°C und betrug ungefähr 80°C.

- 5 Während der Ausbildung der organischen Schichten überstieg die Änderungsrate der Substrattemperatur während der Ausbildung der Alq-Schicht 1,5°C/s (Alq wies die höchste Verdampfungstemperatur unter den organischen Materialien auf).

[Beispiel 3]

10

Schritt (A) (Ausbildung der ersten Elektrode)

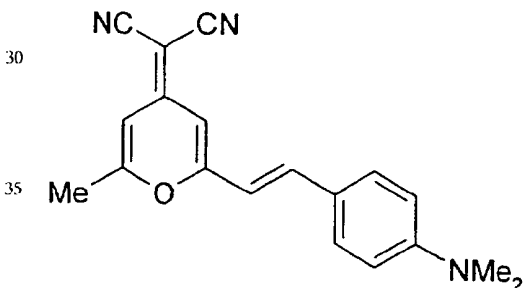
Auf einem Substrat wurde eine ITO-Anode (erste Elektrode) aufgeformt und das erhaltene Material in der gleichen Weise wie in Beispiel 1 gereinigt, wodurch der Schritt (A) vollendet wurde.

15

Schritt (B) (Ausbildung der dünnen Schichten aus organischem Material)

In diesem Schritt und im anschließenden Schritt (C) wurde dieselbe Vakuumabscheidungsanordnung wie in Beispiel 1 verwendet. Das Substrat wurde in der gleichen Weise wie in Beispiel 1 auf einem Substrathalter befestigt, der zusammen mit einer Wärmequelle und -senke in einem einzigen Teil integriert war; die folgenden Materialien für die Ausbildung der Schichten wurden jeweils in Schiffchen gegeben und in die jeweiligen Verdampferquellen eingesetzt. Es wurden die gleichen Schiffchen wie in Beispiel 1 verwendet, d. h. aus Molybdän hergestellte Schiffchen für jedes organische Material und ein aus Wolfram hergestelltes Schiffchen für jedes Kathodenmaterial.

- (1) 200 mg α -NPD als Material für die Löcher transportierende Schicht.
 (2) 100 mg 4-(Dicyanomethylen)-2-methyl-6-(p-dimethylaminostyryl)-4H-pyran (im Weiteren als DCM abgekürzt) als Material für eine rot lumineszierende Schicht.
 Die Struktur von DCM ist unten gezeigt.



- (3) 200 mg Alq.
 (4) 2 g Al als Material für die Kathode.
 (5) 0,5 g Li als Material für die Kathode.

Beim Einfüllen des Li wurde die gleiche Sorgfalt wie bei Beispiel 1 verwendet.

Anschließend wurde in der gleichen Weise wie bei Beispiel 1 evakuiert; nachdem ein Vakuum in der Größenordnung von 10^{-5} Pa erreicht worden war wurde mit der Steuerung der Substrattemperatur mit Hilfe der Substrattemperatursteuerung begonnen.

Daran anschließend wurde das Molybdänschiffchen, welches α -NPD enthielt, langsam erhitzt; nachdem die Abscheidungsrate auf etwa 0,1 nm/s stabilisiert war, wurde der Hauptverschluss geöffnet und mit der Ausbildung der Schicht begonnen. Nachdem die Dicke der Schicht 50 nm erreicht hatte, wurde der Hauptverschluss geschlossen und die Ausbildung der Löcher transportierenden Schicht beendet. Nacheinander wurde das Alq enthaltende Molybdänschiffchen und das DCM enthaltende Molybdänschiffchen erhitzt; die Abscheidungsrate von Alq und DCM wurden so gesteuert, daß das Gewichtsverhältnis von DCM zu Alq 1% betrug; und der Hauptverschluss wurde geöffnet. Nachdem die Stärke der gemischten Alq-DCM-Schicht 50 nm erreicht hatte, wurde nur der Verschluss für die Verdampferquelle des DCM enthaltenden Schiffchens verschlossen und das Erhitzen beendet. Das Alq in der lumineszierenden Schicht hat die Wirkung eines Wirtmaterials, das mit DCM (einem lumineszierenden Material) dotiert wird.

Um eine Elektronen transportierende Schicht auszubilden, wurde nur Alq in einer Stärke von 35 nm abgeschieden. Auf diese Weise wurde eine lumineszierende Schicht (eine gemischte Alq/DCM-Schicht) und eine Elektronen transportierende Schicht (eine Schicht, die nur aus Alq besteht) ausgebildet. Bei der Ausbildung dieser organischen Schichten wurde nur eine einzelne Maske mit der gleichen Gestalt wie bei Beispiel 1 verwendet, wodurch Muster der organischen Schichten ausgebildet wurden.

Schritt (C) (Ausbildung der zweiten Elektrode)

Anschließend wurde eine Maske für die Kathode eingestellt und in der gleichen Weise wie bei Beispiel 1 eine Kathode aufgeformt. Nach der Aufformung wurde die Substrattemperatur mit einer bestimmten Änderungsrate auf Raumtemperatur abgekühlt und darauf in der gleichen Weise wie bei Beispiel 1 eine Versiegelung durchgeführt, wodurch eine EL-Vorrichtung erhalten wurde.

Die Substrattemperatursteuerung wurde bis zum Öffnen der Vakuumkammer und der Entnahme der vollständigen

Vorrichtung fortgesetzt. Während des Betriebs der Substrattemperatursteuerung betrug die höchste Temperatur auf der Oberfläche des Substrats ungefähr 60°C und überstieg nicht 70°C. Auf einem Substratstück wurden 4 lumineszierende Bereiche von jeweils 2 mm × 2 mm ausgebildet, wodurch 4 Pixel mit jeweils der gleichen Struktur auf dem Substrat auf-
geformt wurden.

[Vergleichsbeispiel 3]

In der gleichen Weise wie bei Beispiel 3 wurde eine organische EL-Vorrichtung mit der gleichen Struktur wie in Beispiel 3 hergestellt, wobei jedoch die Substrattemperatursteuerung während der Schritte der Ausbildung der Schichten nicht betrieben wurde (Erhitzen der Verdampferquelle von α -NPD – Ausbildung der Schicht – Beenden des Erhitzens –
Ruhen – Erhitzen der Verdampferquellen für Alq und DCM – Ausbildung der Schicht – Beenden des Erhitzens der Verdampferquelle von DCM – Fortsetzen des Erhitzens der Verdampferquelle von Alq – Beenden des Erhitzens – Ruhen –
Erhitzen der Verdampferquelle der Kathodenmaterialien – Ausbildung der Schicht – Beenden des Erhitzens – Ruhen –
Entnahme). Da keine Substrattemperatursteuerung erfolgte, stieg die Temperatur des Substrats mit Beginn des Erhitzens
jeder Verdampferquelle allmählich an, stieg mit Öffnen des Hauptverschlusses rasch an, und stieg weiter an, bis der
Hauptverschluss wieder geschlossen wurde. Gleichzeitig mit dem Verschließen des Hauptverschlusses und der Beendi-
gung des Erhitzens jeder Verdampferquelle fiel die Temperatur des Substrats rasch ab. Dieses Verhalten hatte wesentli-
chen Einfluß auf die Abscheidung, insbesondere der metallischen Materialien der Kathode. Die Anstiegsrate der Sub-
strattemperatur betrug während der Ausbildung der Kathodenschicht maximal 2,1°C/s die Abfallrate der Substrattempe-
ratur nach Ausbildung der Kathodenschicht betrug maximal -1,8°C/s; und die Substrattemperatur überstieg 70°C und
betrug ungefähr 80°C.

Während der Ausbildung der organischen Schichten überstieg die Änderungsrate der Substrattemperatur während der
Ausbildung der Alq-Schicht 1,5°C/s (Alq wies die höchste Verdampfungstemperatur unter den organischen Materialien
auf).

[Beispiel 4]

Unter Verwendung derselben Materialien wie bei der Herstellung der organischen EL-Vorrichtung aus Beispiel 1
wurde unter Verwendung der gleichen Vakuumabscheidungsanordnung wie in Beispiel 1 eine grüne organische EL-
Platte mit 256 (Zahl der Anoden) × 64 (Anzahl der Kathoden) Punkten hergestellt, welche die gleiche Schichtstruktur
aufwies wie die organische EL-Vorrichtung aus Beispiel 1. Jedes Pixel hatte eine Form von 0,33 mm Versatz
(Pitch)/0,04 mm Abstand (Space) in jeweils der Richtung der Reihe und in der Richtung der Spalte. Die Ausbildung der
Schichten erfolgte unter Verwendung der gleichen Materialien wie in Beispiel 1, mit derselben Stärke wie in Beispiel 1
mit dem Unterschied, daß die Form des Glassubstrats, das Muster der Anode, der Maske der organischen Schicht, die
Maske der Kathode und der Deckel zum Versiegeln sich von denjenigen aus Beispiel 1 unterschied. Bei der Herstellung
der Schichten wurde die gleiche Substrattemperatursteuerung verwendet wie in Beispiel 1 und die Änderungsrate der
Temperatur des Substrats wurde auf 0,75°C/s oder darunter eingestellt, jeweils gemessen als absoluter Wert. Auch nach
Beendigung der Ausbildung der Schicht wurde die Substrattemperatursteuerung noch für eine Weile betrieben und nach-
dem die Substrattemperatur auf Raumtemperatur abgenommen hatte, langsam trockener Stickstoff in die Vakuumkam-
mer eingeleitet. Als der Druck innerhalb der Vakuumkammer Atmosphärendruck entsprach, wurde die entstandene
Platte rasch aus der Vakuumkammer entnommen und unter trockenem Stickstoff mit einem Deckel und einem Klebstoff
versiegelt. Die Substrattemperatursteuerung wurde so lange betrieben, bis die Vakuumkammer geöffnet und die fertig-
gestellte Platte herausgenommen wurde. Während des Betriebs der Substrattemperatursteuerung betrug die höchste
Temperatur der Substratoberfläche ungefähr 60°C und überstieg nicht 70°C.

[Vergleichsbeispiel 4]

Unter Verwendung derselben Technik und Materialien wie in Beispiel 4 wurde eine organische EL-Platte mit der glei-
chen Struktur wie in Beispiel 4 hergestellt, mit dem Unterschied, daß die Substrattemperatursteuerung nicht betrieben
wurde. Da die Substrattemperatursteuerung nicht betrieben wurde, stieg die Temperatur des Substrats mit Beginn des Er-
hitzens jeder Verdampferquelle allmählich an, stieg mit Öffnen des Hauptverschlusses rasch an, und stieg weiter an, bis
der Hauptverschluss wieder geschlossen wurde. Gleichzeitig mit dem Verschließen des Hauptverschlusses und der Be-
endigung des Erhitzens jeder Verdampferquelle fiel die Temperatur des Substrats rasch ab. Dieses Verhalten hatte we-
sentlichen Einfluß auf die Abscheidung, insbesondere der metallischen Materialien der Kathode. Die Anstiegsrate der
Substrattemperatur betrug während der Ausbildung der Kathodenschicht maximal mehr als 2°C/s; die Abfallrate der
Substrattemperatur nach Ausbildung der Kathodenschicht betrug maximal mehr als 1,5°C/s. Die Rate des Temperatur-
anstiegs des Substrats während der Ausbildung der organischen Schichten betrug im Maximum mehr als 1,5°C/s, in Ab-
hängigkeit vom Material der organischen Schicht. Die Substrattemperatur überstieg während der Ausbildung der Ka-
thode 70°C.

[Beispiel 5]

Unter Verwendung des gleichen Glassubstrats mit dem Anodenmuster, der gleichen Maske für die organische Schicht,
der gleichen Maske für die Kathode und der gleichen Versiegelungskappe wie in Beispiel 4 wurde eine blaue organische
EL-Platte hergestellt, welche die gleiche Schichtstruktur aufwies wie in Beispiel 2. Bei der Ausbildung der Schichten
wurde die gleiche Substrattemperatursteuerung verwendet wie in Beispiel 2, und die Änderungsrate der Temperatur des
Substrats wurde auf einem Wert von 0,75°C/s oder darunter gehalten, angegeben als absoluter Wert. Auch nachdem die
Ausbildung der Schichten beendet war, wurde die Substrattemperatursteuerung noch für eine Weile in Betrieb gelassen.

und nachdem die Temperatur des Substrats auf Raumtemperatur abgesunken war wurde langsam trockener Stickstoff in die Vakuumkammer eingeleitet. Nachdem der Druck im Inneren der Vakuumkammer dem Atmosphärendruck entsprach, wurde die erhaltene Platte rasch aus der Vakuumkammer entnommen und unter trockenem Stickstoff mit einer Kappe und Klebstoff versiegelt. Die Steuerung der Temperatur des Substrats wurde fortgesetzt, bis die Vakuumkammer geöffnet wurde und die fertiggestellte Platte herausgenommen wurde. Während des Betriebs der Substrattemperatursteuerung betrug die höchste Temperatur der Substratoberfläche ungefähr 60°C und überstieg nicht 70°C.

[Vergleichsbeispiel 5]

- Unter Verwendung derselben Technik und Materialien wie in Beispiel 5 wurde eine organische EL-Platte mit der gleichen Struktur wie in Beispiel 5 hergestellt, mit dem Unterschied, daß die Substrattemperatursteuerung nicht betrieben wurde. Da die Substrattemperatursteuerung nicht betrieben wurde, stieg die Temperatur des Substrats mit Beginn des Erhitzens jeder Verdampferquelle allmählich an, stieg mit Öffnen des Hauptverschlusses rasch an, und stieg weiter an, bis der Hauptverschluss wieder geschlossen wurde. Gleichzeitig mit dem Verschließen des Hauptverschlusses und der Beendigung des Erhitzens jeder Verdampferquelle fiel die Temperatur des Substrats rasch ab. Dieses Verhalten hatte wesentlichen Einfluß auf die Abscheidung, insbesondere der metallischen Materialien der Kathode. Die Anstiegsrate der Substrattemperatur betrug während der Ausbildung der Kathodenschicht im Maximum mehr als 2°C/s; die Abfallrate der Substrattemperatur nach Ausbildung der Kathodenschicht betrug im Maximum mehr als 1,5°C/s. Die Rate des Temperaturanstiegs des Substrats während der Ausbildung der organischen Schichten betrug im Maximum mehr als 1,5°C/s, in Abhängigkeit vom Material der organischen Schicht. Die Substrattemperatur überstieg während der Ausbildung der Kathode 70°C.

[Beispiel 6]

- Unter Verwendung des gleichen Glassubstrats mit dem Anodenmuster, der gleichen Maske für die organische Schicht, der gleichen Maske für die Kathode und der gleichen Versiegelungskappe wie in Beispiel 4 wurde eine rote organische EL-Platte hergestellt, welche die gleiche Schichtstruktur aufwies wie in Beispiel 3. Bei der Ausbildung der Schichten wurde die gleiche Substrattemperatursteuerung verwendet wie in Beispiel 3, und die Änderungsrate der Temperatur des Substrats wurde auf einem Wert von 0,75°C/s oder darunter gehalten, angegeben als absoluter Wert. Auch nachdem die Ausbildung der Schichten beendet war, wurde die Substrattemperatursteuerung noch für eine Weile in Betrieb gelassen, und nachdem die Temperatur des Substrats auf Raumtemperatur abgesunken war, wurde langsam trockener Stickstoff in die Vakuumkammer eingeleitet. Nachdem der Druck im Inneren der Vakuumkammer dem Atmosphärendruck entsprach, wurde die erhaltene Platte rasch aus der Vakuumkammer entnommen und unter trockenem Stickstoff mit einer Kappe und Klebstoff versiegelt. Die Steuerung der Temperatur des Substrats wurde fortgesetzt, bis die Vakuumkammer geöffnet wurde und die fertiggestellte Platte herausgenommen wurde. Während des Betriebs der Substrattemperatursteuerung betrug die höchste Temperatur der Substratoberfläche ungefähr 60°C und überstieg nicht 70°C.

[Vergleichsbeispiel 6]

- Unter Verwendung derselben Technik und Materialien wie in Beispiel 6 wurde eine organische EL-Platte mit der gleichen Struktur wie in Beispiel 6 hergestellt, mit dem Unterschied, daß die Substrattemperatursteuerung nicht betrieben wurde. Da die Substrattemperatursteuerung nicht betrieben wurde, stieg die Temperatur des Substrats mit Beginn des Erhitzens jeder Verdampferquelle allmählich an, stieg mit Öffnen des Hauptverschlusses rasch an, und stieg weiter an, bis der Hauptverschluss wieder geschlossen wurde. Gleichzeitig mit dem Verschließen des Hauptverschlusses und der Beendigung des Erhitzens jeder Verdampferquelle fiel die Temperatur des Substrats rasch ab. Dieses Verhalten hatte wesentlichen Einfluß auf die Abscheidung, insbesondere der metallischen Materialien der Kathode. Die Anstiegsrate der Substrattemperatur betrug während der Ausbildung der Kathodenschicht im Maximum mehr als 2°C/s; die Abfallrate der Substrattemperatur nach Ausbildung der Kathodenschicht betrug im Maximum mehr als 1,5°C/s. Die Rate des Temperaturanstiegs des Substrats während der Ausbildung der organischen Schichten betrug im Maximum mehr als 1,5°C/s, in Abhängigkeit vom Material der organischen Schicht. Die Substrattemperatur überstieg während der Ausbildung der Kathode 70°C.

[Vergleich der Beispiele und der Vergleichsbeispiele]

- Die in den Beispielen 1 bis 3 und den Vergleichsbeispielen 1 bis 3 hergestellten organischen EL-Vorrichtungen wurden zwischen -15 V und +15 V auf ihre Spannungs-Strom-Kennlinien untersucht. Die Messungen wurden in den folgenden beiden Richtungen durchgeführt:

- (1) in normaler Richtung, wobei die angelegte Spannung von 0 V auf +15 V erhöht wurde, und
- (2) in umgekehrter Richtung, wobei die angelegte Spannung von 0 V auf -15 V erniedrigt wurde.

Die Messung wurde für jede Vorrichtung dreimal wiederholt, um die Reproduzierbarkeit der Strom-Spannungs-Kennlinie der Vorrichtung zu überprüfen.

- In Fig. 3 sind die gemessenen Daten der Vorrichtungen aus Beispiel 1 und Vergleichsbeispiel 1 gezeigt. In Fig. 3 ist auf der horizontalen Achse die angelegte Spannung aufgetragen und auf der vertikalen Achse ist der absolute Wert des Strom logarithmisch aufgetragen. Fig. 3 zeigt offensichtlich, daß bei normaler Richtung die Eigenschaften keine großen Unterschiede zwischen Beispiel 1 und dem Vergleichsbeispiel 1 zeigen. Sowohl in Beispiel 1 als auch bei Vergleichsbeispiel 1 betrug der Strom ungefähr 10^{-3} A bei einer Spannung von 10 V.

In Bezug auf den Verluststrom in umgekehrter Richtung trat jedoch ein großer Unterschied auf. In Beispiel 1 war der Strom nahezu konstant bei 10^{-10} A, auch wenn die Spannung erniedrigt wurde. Im Gegensatz dazu stieg der Verluststrom beim Vergleichsbeispiel 1 an wenn der absolute Wert der Spannung zunahm. Vergleicht man bei -15 V, lag der Verluststrom beim Vergleichsbeispiel 1 um 2 bis 4 Stellen mehr als bei Beispiel 1.

Bei Beispiel 1 wurden Daten für eine gute Wiederholbarkeit beim Anlegen der Spannung sowohl in normaler wie auch in umgekehrter Richtung erhalten. Im Gegensatz dazu trat beim Vergleichsbeispiel 1 eine Schwankung des Verluststroms, der beim Anlegen einer Spannung in umgekehrter Richtung floß, sogar bei Pixeln auf, die auf einem einzelnen Substrat hergestellt worden waren. Dieses Verhalten wird auch beim Vergleichsbeispiel 2 und dem Vergleichsbeispiel 3 beobachtet. In Beispiel 2 und Beispiel 3 wurden wie bei Beispiel 1 Daten von hoher Wiederholbarkeit und geringer Schwankung erhalten. Aus den erhaltenen Daten wurde ein Gleichrichtungsverhältnis unter Verwendung der folgenden Formel berechnet. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 angegeben.

Gleichrichtungsverhältnis = $|\text{Strom bei Anlegen einer Spannung von } +15 \text{ V}| / |\text{Strom bei Anlegen einer Spannung von } -15 \text{ V}|$

Tabelle 1

	Gleichrichtungsverhältnis
Beispiel 1	ungefähr 10^8
Vergleichsbeispiel 1	10^4 bis 10^6
Beispiel 2	ungefähr 10^8
Vergleichsbeispiel 2	10^4 bis 10^6
Beispiel 3	ungefähr 10^8
Vergleichsbeispiel 3	10^4 bis 10^6

Aus dieser Tabelle ist ersichtlich, daß mit der vorliegenden Erfindung eine organische EL-Vorrichtung hergestellt werden kann, die einen niedrigen Verluststrom in entgegengesetzter Richtung aufweist und eine sehr gute Gleichrichtung.

Jede der in den Beispielen 4 bis 6 und den Vergleichsbeispielen 4 bis 6 hergestellten organischen EL-Platten mit 256×64 Punkten wurde mit einer Treibereinheit verbunden. Die Reihenseite (Kathodenseite) wurde sequentiell mit einem Tastverhältnis von 1/64 gegen Masse geschaltet und ein Datensignal mit konstantem Strom wurde von der Spaltenseite (Anodenseite) gesandt. Das Treiben wurde auf diese Weise durchgeführt, um Buchstaben, Zahlen, Muster usw. darzustellen und die An- oder Abwesenheit von Kreuzkopplung wurde auf Sicht überprüft.

Die An- oder Abwesenheit von Kreuzkopplung ist in Tabelle 2 aufgeführt. Wie sich aus Tabelle 2 ergibt, konnten bei Anwendung der Erfindung Pixel mit einer ausgezeichneten Gleichrichtung auf der Platte erzeugt werden und es konnte eine organische EL-Platte mit sehr guter Darstellungsqualität bei einfacher Betriebsweise der Matrix hergestellt werden.

Tabelle 2

	Kreuzkopplung
Beispiel 4	nicht beobachtet
Vergleichsbeispiel 4	Beobachtet
Beispiel 5	nicht beobachtet
Vergleichsbeispiel 5	Beobachtet
Beispiel 6	nicht beobachtet
Vergleichsbeispiel 6	Beobachtet

Patentansprüche

- Verfahren zur Herstellung einer organischen elektrolumineszierenden Vorrichtung, zumindest umfassend:
 - einen Schritt, in dem eine erste Elektrode auf einem Substrat ausgebildet wird,
 - einen Schritt, in dem auf der ersten Elektrode ein oder mehrere dünne Schichten aus einer organischen Verbindung ausgebildet werden, welche eine lumineszierende Schicht umfassen, und
 - einen Schritt, in dem auf der oder den organischen Schicht(en) eine zweite Elektrode ausgebildet wird, wobei in dem Verfahren das Substrat bei einer Temperatur von 70°C oder darunter gehalten wird und die Änderungsrate der Temperatur des Substrats als absoluter Wert bei $1,5^\circ\text{C/s}$ oder darunter gehalten wird während der Schritte (B) und (C), zwischen den Schritten (B) und (C) und nach Beendigung des Schrittes (C) bis zu dem Zeitpunkt, zu dem die Temperatur des Substrats Raumtemperatur entspricht.
- Verfahren zur Herstellung einer elektrolumineszierenden Vorrichtung nach Anspruch 1, wobei die Schritte (B) und (C) durch Vakuumabscheidung durchgeführt werden.
- Verfahren zur Herstellung einer elektrolumineszierenden Vorrichtung nach Anspruch 2, wobei die Vakuumab-

scheidung in den Schritten (B) und (C) unter Verwendung einer Vakuumabscheidungs Vorrichtung durchgeführt wird, welche mindestens umfaßt:

- (1) einen Substrathalter mit einer glatten flachen Oberfläche zur Aufnahme des Substrats und
- (2) eine Substrattemperatursteuerung zum Steuern der Temperatur der Seite des Substrats, auf der die Schicht

ausgebildet wird, welche mindestens umfaßt:

- (2-1) einen Temperaturfühler,
- (2-2) eine Rechneinheit und
- (2-3) eine Wärmequelle und eine Wärmesenke.

4. Organische elektrolumineszierende Vorrichtung, die durch das Verfahren zur Herstellung einer organischen elektrolumineszierenden Vorrichtung nach Anspruch 1 hergestellt ist.

5. Organische elektrolumineszierende Platte, wobei mehrere der elektrolumineszierenden Vorrichtungen nach Anspruch 4 in Form einer Matrix angeordnet sind.

6. Vakuumabscheidungs Vorrichtung, umfassend zumindest:

- (1) einen Substrathalter mit einer glatten flachen Oberfläche zur Aufnahme des Substrats und
- (2) eine Substrattemperatursteuerung zum Steuern der Temperatur der Seite des Substrats, auf der die Schicht

ausgebildet wird, welche mindestens umfaßt:

- (2-1) einen Temperaturfühler,
- (2-2) eine Rechneinheit und
- (2-3) eine Wärmequelle und eine Wärmesenke.

7. Vakuumabscheidungs Vorrichtung nach Anspruch 6, wobei der Substrathalter, die Wärmequelle und die Wärmesenke in einem Teil integriert sind.

8. Vakuumabscheidungs Vorrichtung nach Anspruch 6, wobei die Substrattemperatursteuerung die Temperatur der Seite des Substrats, auf der die Schicht ausgebildet wird, auf 70°C oder darunter halten kann und die Änderungsrate der Temperatur auf der Seite des Substrats, auf der die Schicht ausgebildet wird, als absoluter Wert bei 1,5°C/s oder

9. Vakuumabscheidungs Vorrichtung nach Anspruch 6, wobei die glatte ebene Fläche des Substrathalters eine Oberflächenrauigkeit von (1) einer arithmetisch gemittelten Rauigkeit (Ra) von 200 nm oder weniger und (2) einer maximalen Höhe (Ry) von 800 nm oder weniger aufweist, wobei diese jeweils nach JIS B 0601-1994 bestimmt werden.

10. Vakuumabscheidungs Vorrichtung nach Anspruch 9, wobei ein Weichmetall ohne Abstand zwischen der glatten ebenen Fläche des Substrathalters und dem Substrat vorgesehen ist.

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

Fig 1

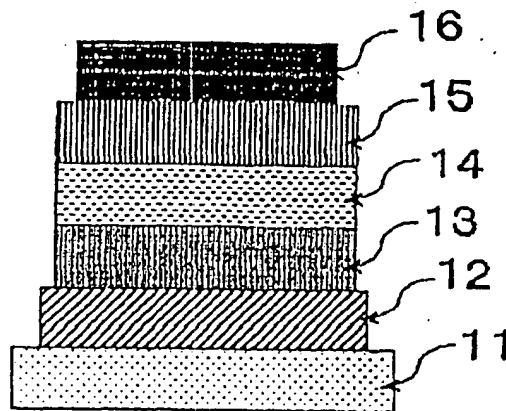


Fig 2

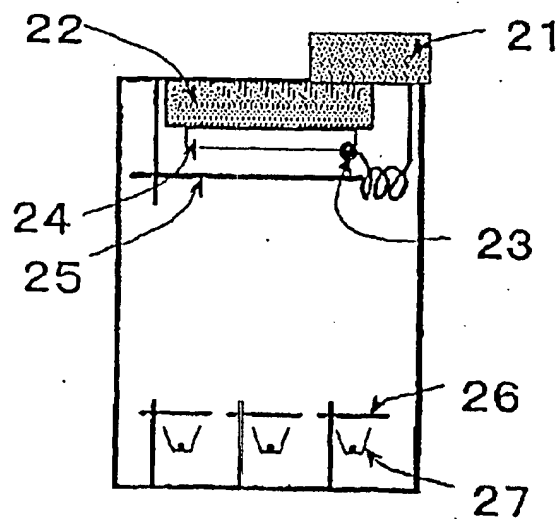


Fig 3

